

生药麻黄中麻黄碱含量测定新探

山东泰安市药检所(271000) 展雪峰* 李明 张明文

摘要 麻黄碱与茛三酮在加热条件下能发生颜色反应,其反应产物在可见光区450~700nm间有一理想吸收峰($\lambda_{max}=567\text{nm}$),该峰的一阶导数光谱526.8nm波长处的振幅值与麻黄碱的浓度呈良好的线性($r=0.9999$)且灵敏度较高(最低有效检出量为 $4\mu\text{g/ml}$)、稳定性好(回收试验: $\bar{x}=98.75\%$, $RSD=0.16\%$, $n=6$)。

关键词 麻黄 盐酸麻黄碱 含量测定

麻黄是味重要中药,其生药内在质量的检验目前仍局限于化学分析。利用紫外分光光度法之导数光谱测定其活性成分麻黄碱含量的方法尚未见报道。

1 实验原理

麻黄活性成分麻黄碱在可见-紫外光区无特征吸收,但它与茛三酮试液在加热条件下能发生颜色反应,其反应产物在可见光区450~700nm间却产生一个稳定的特征吸收峰($\lambda_{max}=567\text{nm}$),该峰的一阶导数光谱($\Delta\lambda=20\text{nm}$),波长526.8nm处的振幅值与麻黄碱呈良好的线性。

仪器与试剂:岛津UV-2100型紫外分光光度仪,盐酸麻黄碱(含量测定用,中国药品生物制品检定所提供),麻黄(泰安药材站提供,本单位有留样)。

2 方法与结果

2.1 标准溶液的制备:精密称取 105°C 干燥至恒重的盐酸麻黄碱20mg,置100ml量瓶中加水溶解并稀释至刻度,摇匀即得($200\mu\text{g/ml}$)。

2.2 图谱测定:精密量取标准溶液1ml,另取1ml水作空白,分别置试管中,加2%茛三酮乙醇液1ml置水浴中加热10min迅即放冷,分别移入10ml量瓶中加水至刻度,在波长450~700nm间扫描测得吸收光谱,并以 $\Delta\lambda=20\text{nm}$ 导出一阶导数光谱,见图。

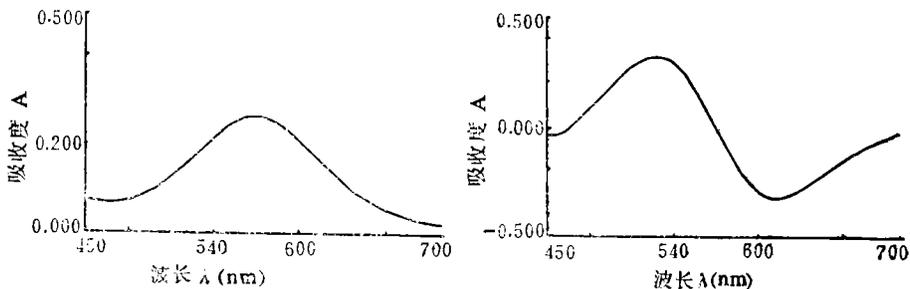


图 盐酸麻黄碱光谱图

左-吸收光谱 右-一阶导数光谱

2.3 标准曲线的制作:取标准溶液浓度系列分别测定波长526.8nm处的导数光谱振幅值,经数据处理得回归方程, $Y=-0.0012+0.03376X$,相关系数 $r=0.9999$ 。表明浓度和导数光谱振幅值呈良好的线性关系。

2.4 样品溶液的制备:取本品粗粉2.00g置索氏提取器中,加浓氨试液3ml,乙醇10ml、乙

*Address: Zhan Xuefeng, Shandong Taian Institute for Drug Control, Taian

醚20ml, 放置24h, 加乙醚适量置水浴上加热回流提取4h至生物碱提尽。把提液移至分液漏斗中, 容器用少量乙醚洗涤。洗液并入分液漏斗中, 加盐酸液(0.5mol/L)振摇提取5次(20、10、10、10、10ml), 合并酸液, 滤过。滤液加氢氧化钠试液使呈碱性, 加氯化钠饱和, 用乙醚振摇提取5次(20、10、10、10ml), 合并乙醚液, 用氯化钠饱和溶液洗涤3次, 每次5ml, 合并洗液, 再用乙醚10ml振摇提取, 合并前后2次乙醚液(中国药典, 1990. 289)。乙醚液中加盐酸液(0.5mol/L)30ml振摇提取, 静置使分层, 分取酸液, 乙醚液再用水提3次每次5ml, 合并酸液与水液, 置水浴上加热, 除去微量乙醚, 放冷, 以氢氧化钠调pH6~7, 移至100ml量瓶中加水至刻度, 即得样品溶液。

2.5 样品溶液的测定: 取样品液1ml加茚三酮试液1ml, 水浴加热10min, 迅即放冷, 移入10ml量瓶中加水至刻度, 测定图谱, 波长526.8nm处的振幅值为0.213, 代入回归方程得出浓度为6.3($\mu\text{g}/\text{ml}$), 麻黄粗粉中所含麻黄碱量为3.15mg/g(0.315%)。

2.6 回收率试验: 取麻黄粗粉2.00g加入定量的盐酸麻黄碱标准品, 依2.4、2.5项下操作。结果回收率为 \bar{x} 98.75%, RSD为0.16%。

3 讨论

3.1 实验证明盐酸麻黄碱的浓度在4~24 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 间与一阶导数光谱($\Delta\lambda = 20\text{nm}$, $\lambda_{\text{max}} = 526.8\text{nm}$)的振幅值呈良好的线性($r = 0.9999$), 方法稳定性考查也较理想(回收率 $\bar{x} = 98.75\%$, RSD = 0.16%, $n = 6$)。

3.2 本实验麻黄碱的提取分离方法基本上是依照中国药典1990年版麻黄项下含量测定条目中的过程进行的, 加之所用仪器、试剂都较为普通, 故本实验有实际意义。

(1994-12-06收稿)

(上接第287页)

对照, 苯胺邻苯二甲酸盐显色。Ⅲ, Ⅳ上的糖分别为D-葡萄糖和L-鼠李糖。化合物I~V的化学结构式见图。

参 考 文 献

- 1 江苏新医学院. 中药大辞典. 上海: 上海人民出版社, 1977. 530、546
- 2 John S G. Encyclopaedia of the Terpenoids. Great Britain: John Wiley & Sons Ltd
- 3 Miana G A, et al. Phytochem, 1987, 26: 225
- 4 Hui W H, et al. Phytochem, 1976, 15: 985
- 5 Aquino R, et al. Phytochem, 1988, 27: 2927
- 6 Raffauf R F, et al. Lloydia, 1978, 41(5): 432
- 7 Brown R T, et al. J Chem Soc, Perkin Trans 1, 1975(18): 1776
- 8 Herath W H, et al. Phytochem, 1978, 17: 1097

(1993-12-26收稿)